

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-030096

(43)Date of publication of application : 03.02.1998

(51)Int.Cl.

C10M169/00
 C09K 3/00
 //(C10M169/00
 C10M101:02
 C10M105:02
 C10M105:32
 C10M119:02
 C10M125:02
 C10M125:04)
 C10N 40:02
 C10N 40:14
 C10N 50:10

(21)Application number : 09-074642

(71)Applicant : SKF IND TRADING DEV CO BV

(22)Date of filing : 12.03.1997

(72)Inventor : WAN GEORGE TIN YAU
MEIJER DICK

(30)Priority

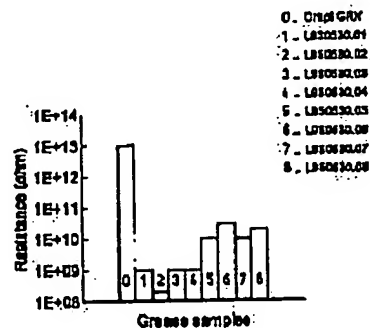
Priority number : 96 1002587 Priority date : 12.03.1996 Priority country : NL

(54) ELECTROCONDUCTIVE POLYMER CONCENTRATED GREASE COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an electroconductive lubricating composition for providing a bearing during in the operation with proper electroconductivity.

SOLUTION: This composition comprises a lubricant base oil, a polymer thickening agent, an electroconductive component and another additive which is well-known by itself and is used for a lubricating grease composition. The composition is composed of a mixture of a propylene copolymer or homopolymer having =200,000 weight-average molecular weight and a propylene copolymer or homopolymer having <100,000 weight-average molecular weight. The electroconductive component is selected from electroconductive solids such as a metal-containing additive, especially an organometallic compound/an organobismuth compound, an antistatic agent, a soft metal particle, silver, copper, graphite, bismuth and niobium sulfide (IV).



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J.P.)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-30096

(43)公開日 平成10年(1998)2月3日

(51)IntCl.	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C10M 169/00			C10M 169/00	
C09K 3/00	103		C09K 3/00	103E
(C10M 169/00				
101:02				
105:02				

審査請求 未請求 請求項の数15 F.D. (全10頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平9-74642

(22)出願日 平成9年(1997)3月12日

(31)優先権主張番号 10002587

(32)優先日 1996年3月12日

(33)優先権主張国 オランダ(NL)

(71)出願人 591063903

エス ケイ エフ インダストリアル

レーディング アンド デベロップメント

カンパニー ビービー

SKF INDUSTRIAL TRAD

ING AND DEVELOPMENT

COMPANY BESTOTEN NV

ENNOOTSHAP

オランダ国 エヌエル-3430 ディーデ

イーニューベガイン、ビーオーボックス

2350 ケルビンバーン 16

(74)代理人 弁理士 藤岡 敏

最終頁に続く

(54)【発明の名称】導電性重合体潤滑グリース組成物

(57)【要約】 (修正有)

【課題】作動中の軸受において適当な導電性を与える導電性潤滑組成物を提供する。

【解決手段】1) 潤滑剤基油

2) 重合体増粘剤

3) 導電成分

4) それ自体公知の潤滑グリース組成物用の他の添加剤、

を含む導電性潤滑グリース組成物であって、

(1) 重量平均分子量200,000以上のプロピレンの共重合体もしくは単独重合体、および

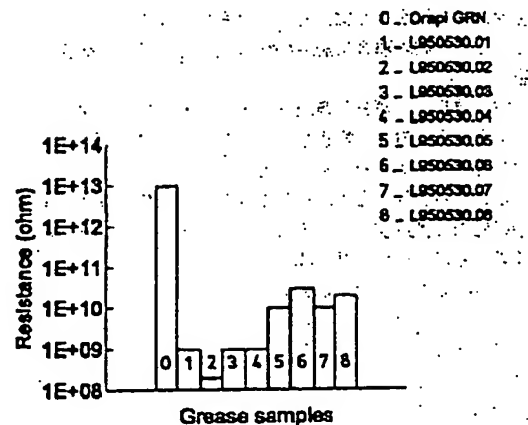
(2) 重量平均分子量100,000未満のプロピレンの共重合体もしくは単独重合体、の混合物である、ことを特徴とする導電性潤滑グリース組成物が、提供され

る。導電成分は、金属含有添加剤、特に、有機金属/有機

ビスマス化合物、帯電防止剤、または、軟金属粒子、

銅、銅、黒鉛、ビスマス、あるいは酸化ニオブウム (I

V) などの導電性固体から選定される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 特に軸受に適用するために導電性潤滑グリース組成物として調製され、

(1) 重量平均分子量200、000以上のプロピレンの共重合体もしくは単独重合体、および(2) 重量平均分子量100、000未満のプロピレンの共重合体もしくは単独重合体、

の混合物を含む重合体増粘剤の使用法、

【請求項2】 100オーム未満、より好ましくは1オーム未満の抵抗値(標準型軸受(6205)において室温で速度指数NDM 100、000で測定した場合)を有する導電性潤滑グリース組成物の調製における請求項1に記載の使用法、

【請求項3】 1) 潤滑剤基油

2) 重合体増粘剤

3) 導電成分

4) それ自体公知の潤滑グリース組成物用の他の添加剤、

を含む導電性潤滑グリース組成物であって、

(1) 重量平均分子量200、000以上のプロピレンの共重合体もしくは単独重合体、および(2) 重量平均分子量100、000未満のプロピレンの共重合体もしくは単独重合体、

の混合物である、

ことを特徴とする導電性潤滑グリース組成物、

【請求項4】 導電成分3が、

3a) (少なくとも1種類の) 金属含有添加剤

3b) (少なくとも1種類の) 帯電防止剤

3c) (少なくとも1種類の) 導電性固体

のうち少なくとも一つ、好ましくは少なくとも二つの組合せ、より好ましくは、三つを含有してなる、

ことを特徴とする請求項3に記載の導電性潤滑グリース組成物、

【請求項5】 高分子量成分と低分子量成分の比が、1対4.0乃至1対5、好ましくは1対2.5乃至1対1.5、より好ましくは1対1.9である、

こととする少なくとも請求項1及び請求項2のうちの1項に記載の使用法、又は少なくとも請求項3及び請求項4のうちの1項に記載の導電性グリース組成物、

【請求項6】 低分子量成分が、重量平均分子量50、000乃至100、000でメルト・フロー・インデックス(ASTM D-1238) 500乃至1、000、好ましくは750乃至850のポリプロピレン単独重合体である、

こととする請求項5に記載の使用法、又は請求項に記載の導電性潤滑グリース組成物、

【請求項7】 高分子量成分が、重量平均分子量200、000乃至250、000でメルト・フロー・インデックス(ASTM D-1238) 1、5乃至15好ましくは1、5乃至7のポリプロピレン単独重合体もし

くはプロピレン/エチレンの共重合体である、

こととする請求項5又は請求項6に記載の使用法、又は請求項5又は請求項6に記載の導電性潤滑グリース組成物、

【請求項8】 添加剤3aを含有する前記(少なくとも1種類の) 金属が、有機金属化合物、ビスマス化合物のいずれかから選択され、好ましくは、有機ビスマス化合物、特にグリース添加剤を含有するビスマスから成る、こととする請求項3乃至請求項7のいずれか1項に記載の導電性潤滑グリース組成物、

【請求項9】 帯電防止剤3bが、重合体用の帯電防止剤から選択される、

こととする請求項3乃至請求項7のいずれか1項に記載の導電性潤滑グリース組成物、

【請求項10】 導電性固体3cが (軟質) 金属粒子、特にビスマス、銀、銅、黒鉛(導電性炭素)、酸化ニオブウム(IV)の粒子から選定される、

こととする請求項3乃至請求項7のいずれか1項に記載の導電性潤滑グリース組成物、

【請求項11】 導電性潤滑グリース組成物を調製する方法であって、

a) 重合体増粘剤と潤滑剤基油を、前記増粘剤の融点より高い温度で混合/溶解させ、

b) 前記組成物内に、導電性成分3更には任意にそれ自体公知の潤滑グリース組成物用の別の添加剤を導入し、

c) その結果得られたグリース組成物を、1秒乃至3分の間、好ましくは、10秒乃至1分の間、より好ましくは30秒の間に混合時の温度から室温まで冷却し、

d) 前記グリースを必要な程度まで濃縮する、工程を含み、

前記重合体増粘剤が、(1) 重量平均分子量200、000以上のプロピレンの共重合体もしくは単独重合体、および(2) 重量平均分子量100、000未満のプロピレンの共重合体もしくは単独重合体、の混合物から成る、

ことを特徴とする方法、

【請求項12】 請求項11に記載の方法により得ることができるグリース組成物、

【請求項13】 軸受における静電気発生防止または減少、あるいはスパーク形成防止または減少を目的とする、請求項3乃至請求項10又は請求項12のいずれか1項に記載の導電性潤滑グリース組成物の使用法、

【請求項14】 回転する電氣的接触部分を持つ軸受への使用、および電気エネルギーを機械エネルギーに変換するか、あるいはその逆に変換する装置への使用を目的とする、請求項3乃至請求項10又は請求項12のいずれか1項に記載の導電性潤滑グリース組成物の使用法、

【請求項15】 軸受を流れる又は軸受の部品間もしくは面間を流れる電気伝導を得ることを目的とする、請求項3乃至請求項10項又は請求項12のいずれか1項に

記載の導電性潤滑グリース組成物の使用法。

【発明の詳細な説明】

【00001】本発明は、導電性潤滑剤に関する。特に、重合体増粘剤を含む導電性グリースに関する。

【00002】従来技術】過去数年間にわたり、導電性を持つ潤滑グリースへの関心が高まっており、とりわけ自動車分野への応用に対する関心が高い。そのような導電性グリースは、使用中の軸受における静電気の発生防止や、軸受のデブリとして利用できる。また、軸受を通る電気伝導に使用することができ、特に軸受を構成する部品や面の間に用いることができる。

【00003】金属セッケン増粘剤の存在にも拘らず、従来のセッケン基潤滑グリースは絶縁体に分類される。これは、使用中、軸受の表面に形成される油膜の電気抵抗が高いことと起因すると考えられる（オーム計で 10^{11} 以上）。

【00004】【発明が解決しようとする課題】導電性潤滑剤は、従来技術では公知である。その一例に、オラビ（Orapi）[®] GRN[®] という商標名で市販されている潤滑剤が挙げられる。これは、潤滑剤基油中に分散した黒鉛を含むものである。オラビ（Orapi）[®] GRN[®] およびそれと類似の導電性潤滑剤は、増粘剤を含まない。そのため、潤滑性が不十分であるか、従来の導電性を持たないグリースに比べて低い。特に、既知の導電性潤滑剤は機械的な安定度が不十分であり、高速回転に制限があったため、例えば自動車分野に適用するには信頼性が低かった。

【00005】従って、本発明の主な目的は導電性を持つ潤滑組成物を改良する点にあり、特に従来の導電性潤滑剤よりも高い潤滑性を与え、また、公知の導電性潤滑剤に比肩しうる、あるいはそれよりも高い導電性を与える点にある。

【00006】この研究の一環として、本発明ではいくつかの導電性潤滑剤（基油に黒鉛を加えた既知の潤滑剤を含む）の導電性について、「静的な」導電率の実験（二本の電極を潤滑剤の中に挿入してその潤滑剤の抵抗を測定）、ならびに実際に動作中の軸受において実験を行った。これらの実験では、軸受の部品間および面間の電流に対する抵抗を測定した。

【00007】その実験の結果、意外にも、静的条件下の潤滑剤が示す導電率を使用して、実際に動作中の軸受における導電率を信頼性を持って予測することはできないということが判明した。すなわち、既知の導電性を持つ潤滑剤は静的実験では適切な導電性を示すものの、実際の軸受における導電性能は、特に高速回転時の軸受においては不適であることがわかった。

【00008】従って本発明は、動作中の軸受において適当な導電性を与える導電性潤滑組成物を導くことを次の目的とする。

【00009】【課題を解決するための手段及び発明の効果】この分野においては、いくつかの重合体潤滑グリースが知られている。

【00010】例えば、米国特許出願第3850828号公報では、(1) 分子量20,000-500,000、好ましくは、分子量50,000-250,000の重合体密度が0.94 g/cm³以上のポリエチレン、および(2) 分子量100,000未満でメルトインデックス2.0以上、好ましくは5.0以上のアダクチック・ポリプロピレン、を含む重合体混合物で濃縮された導電性潤滑組成物について説明されている。ポリエチレンに対するアダクチック・ポリプロピレンの比率は1対1から10対1が望ましく、2対1から5対1が最適である。

【00011】米国特許第2817458号公報は、分子量が300-10,000の範囲で固有粘度が0.4以下の油溶性の無定形ポリプロピレンを基油とし、分子量100,000-1,000,000の範囲で融点が華氏250度から410度の範囲にある重量%2-5%のアダクチック・ポリプロピレン、および重量%5-35%のセッケン基の増粘剤で構成されたグリース組成物を記載している。

【00012】米国特許第3280244号公報は、植物性潤滑油、増粘剤、および分子量が10,000-50,000のポリプロピレンの油溶性アダクチック単独重合体か、もしくは固有粘度が0.3-4.0のエチレンおよびプロピレンの油溶性アダクチック共重合体を含むグリース組成物を記載している。

【00013】増粘剤としては、脂肪族金属セッケンなどの従来の増粘剤、およびコロイド、シリカ、ベントナイト粘度などの無機増粘剤を5%から40%の分量で使用できる。

【00014】米国特許第3392119号公報は、摂氏25度における密度が少なくとも0.94 g/cm³以上のエチレン共重合体を使用して濃縮された白色鉱油と、摂氏25度での密度が0.890-0.920 g/cm³のポリプロピレン単重合体とから成るグリースの組成物を記載している。ポリプロピレンに対するポリエチレンの重量%は、通常10対1から1対1の範囲であり、3対1からおよそ1対2が最適である。

【00015】出願公開されていない欧州特許第95202484.4号およびその優先権出願第94202323.5号は、いずれも出典を明記することによりその内容を本願明細書の一部と成すが、以下の成分の混合物から成る潤滑グリース組成物に使用する重合体増粘剤について説明している。

【0016】1) 高分子量成分としては、重量平均分子量200,000以上のプロピレンの共重合体もしくは単重合体、および

2) 低分子量成分としては、重量平均分子量100,000未満のプロピレンの共重合体もしくは単重合体。

【0017】低分子量成分は、好ましくは、重量平均分子量50,000-100,000でメルト・フロー・インデックス (ASTM D-1238) が5.00-1.000、最適値は750-850のポリプロピレン単重合体である。

【0018】高分子量成分は、好ましくは、重量平均分子量200,000-250,000でメルト・フロー・インデックス (ASTM D-1238) が1.5-15、最適値は1.5-7のポリプロピレン単重合体、もしくはプロピレンとエチレンの共重合体である。

【0019】重合体増粘剤中の高分子量成分と低分子量成分の重量%は、好ましくは、1対40乃至1対5であり、より好ましくは、1対25乃至1対15、一層好ましくは、1:1.9である。

【0020】欧州特許第95202464、4号ではまた、潤滑剤基油と上述の重合体増粘剤から成る潤滑グリース組成物、およびそのグリース組成物を調製する好適な方法についても説明されている。該方法は、以下の工程を含む。

【0021】a) 上述の増粘剤成分を混合する。

【0022】b) その増粘剤を潤滑剤基油と混合するか、または潤滑剤基油中で溶解させる。この時の温度は、上述の重合体材料の融点より高くする。摂氏190-210度が最適。

【0023】c) 1秒から3分の間に、グリース組成物を混合時の温度から室温まで冷却する。この時間は好ましくは、10秒間乃至1分間、より好ましくは、30秒前後である。

【0024】この好適な調製法はグリース組成物の急激な冷却を特徴としており、これを「急冷」と言う。

【0025】欧州特許第95202464、4号に基づくグリース組成物は、低温での潤滑油のブリーディング特性を改善し、とりわけ「急冷」による調製の際の騒音や機械的安定度を改善する、ことが説明されている。

【0026】しかしながら、上述の重合体濃縮潤滑グリースは、いずれも、導電性に関しては言及も示唆もなされていない。さらに、静電気発生やスパーク形成を防止する上でこれらのグリースの使用について、また、電気モータへの使用についても説明、示唆のいずれもなされていない。

【0027】いくつかの重合体成分を含有する導電性潤滑剤が既に知られている。

【0028】例えば、ダーウェント (Derwent) 要約94-322436号 (NTN社) は、(1) 重量%95-1%の1種類もしくは複数の超高分子量ポ

リオレフィン、(2) アセチレン・ブラック、カーボン・ブラック、金属粉末、およびSOxのいずれかの導電性を持つ微粉成分を添加した、セッケン基濃縮グリースもしくは非セッケン基多価アルコール・エステルタイプ潤滑グリースを記載している。ただし、この要約書によると、重合体成分は従来のグリースに添加されており、これは必ずしも重合体濃縮グリース組成物に関するものではない。

【0029】ダーウェント (Derwent) 要約79-38210B号 (三菱電機) は、線状ポリオレフィン、金属活性剤、およびスレーク状の銀粉末を飽和脂肪酸および銀セッケンでコーティングしたものを含む導電性潤滑グリースを記載している。この開示からは、線状ポリオレフィンが従来のグリース組成物に添加されたかどうか (すなわち、従来のセッケン基増粘剤を含むかどうか) あるいはそれが増粘成分 (だけ) であるかどうかが明確でない。

【0030】化学要約1973、第86955k号 (三菱電機) は、飽和脂肪酸および銀セッケンでコーティングした銀粒子、金属不活性剤、および線状ポリオレフィンから成るグリースに関するものである。この要約の開示内容は、上述のダーウェント (Derwent) 要約79-38210Bと極めて類似している。とりわけ、使用した重合体の量 (重量%0.5-10%) がそれ自体で増粘剤として機能するには不十分だったため、重合体成分を従来のグリース組成物に添加したと見られる点が酷似している。

【0031】化学要約1973、第86956k号 (三菱電機) は、コーティングした銀粒子の代わりに導電成分としてカーボン・ブラックを使用した上述の要約86955k号と同様の、導電性を持つグリースを記載している。ここでも、使用した重合体の量 (重量%0.5-10%) がそれ自体で増粘剤として機能するには不十分だったため、重合体成分を従来のグリース組成物に添加したと見られる。

【0032】また、上記の要約のいずれにおいても、上述の欧州特許出願第95202464、4号に基づく特定の重合体増粘剤を成分とする導電性グリースの組成物について、開示も提起もされていない。

【0033】欧州特許出願第95202464、4号に基づく重合体増粘剤で濃縮した潤滑グリースでは、等量のセッケン基濃縮潤滑グリースおよびオラビ (Orapi) GRN のような既知の導電性潤滑剤に比べて導電性が改善され、抵抗が減少している。従って最初の観点では、本発明は、欧州特許出願第95202464、4号による重合体増粘剤の用法に関連するものであり、特に軸受への応用のための導電性を持つ潤滑グリース組成物の調製に関するものである。

【0034】この重合体増粘剤を使用すると、軸受の導電性が改善されるのみならず、欧州特許出願第9520

2464、4号に記載されているように、グリースに良好な潤滑性が付与される。すなわち、特に上述の導電性潤滑剤を含む重合体材料と比較して、低温での優れた油ブリニディング特性、良好な機械的安定性、および低騒音などの特性が実現できる。

【0035】さらに、高温下で使用する場合、または電気伝導によりグリースの温度が上昇する場合には、本願と同じ出願日付を有して出典を明記することによりその開示内容を本願の一部と成す同時係属特許出願公開第1002586号公報に記載されているように、融点10の高い重合体材料もしくは増粘剤を導電性潤滑剤にさらに添加することができる。

【0036】この発明によれば、重合体増粘剤は、グリース組成物中に増粘剤として使用あるいは添加されている。このグリースは、その他に少なくとも潤滑剤基油を含み、また、少なくとも1種類の導電性を持ちグリース組成物に導電性を付与でき、抵抗を下げることでできる物質を含む。この出願では、他の点では類似しているグリースにおいて、重合体増粘剤を使用することにより従来のセッケン基増粘剤を利用するのに比べて、導電性を増加させ抵抗を下げることでできる。

【0037】重合体増粘剤はまた、従来の導電性潤滑剤に添加して少なくとも潤滑性を改善することができ、場合によってはその導電性も改善することができる。

【0038】別の観点では、本発明は、

- 1) 潤滑剤基油
 - 2) 重合体増粘剤
 - 3) 導電成分
 - 4) それ自体公知の潤滑グリース組成物用の他の添加剤
- を含み、重合体増粘剤が、(1) 重量平均分子量200,000以上のプロピレンの共重合体もしくは単独重合体、および(2) 重量平均分子量100,000未満のプロピレンの共重合体もしくは単独重合体、の混合物から成る、ことを特徴とする導電性潤滑剤に関する。

【0039】本発明の導電性グリース組成物は、(前述のような標準型軸受(6205))において室温で速度指数NDM: 100,000で測定した場合) 100オーム未満、好ましくは1オーム未満の抵抗値を有することが好ましい。

【0040】導電成分3は、グリース組成物の潤滑性を損なうことなく(あるいは過度に損なわずに)導電性を付与し抵抗を減少できる任意の物質を使用し得る。例えば、室温またはグリースの動作温度では液体もしくは固体の形状を取り、潤滑油もしくは増粘剤中で溶解する物質、または、例えば固体粒子のようにグリース構造内に分離面を形成する物質も使用できる。導電成分3はまた、軸受の表面に塗布することもできる。

【0041】導電成分3は、好ましくは、
3a) (少なくとも1種類の) 金属含有添加剤
3b) (少なくとも1種類の) 帯電防止剤

3c) (少なくとも1種類の) 導電性固体のうち少なくとも1つ、より好ましくは、2つ以上を含有する。

【0042】導電成分3は、上記の3a、3b、および3cのすべてを含んで組み合わせることが最も好ましい。

【0043】潤滑剤基油には、それ自体公知のあらゆる潤滑油を用いることができる。例えば、鉱物油、合成炭化水素、エステル油、および様々な粘性それらの混合物が使用できる。基油および粘性の種類は、特定の用途に適したものを選択できる。

【0044】重合体増粘剤としては、出典を明記することによりその開示内容を本願明細書の一部と成す前記出願公開されていない欧州特許出願第95202464号に基づき重合体増粘剤を使用する。欧州特許出願第95202464号で説明されている上述の増粘剤の好適な実施形態は、本発明で使用する増粘剤の好適な実施形態でもある。

【0045】金属含有添加剤3aとしては、有機金属化合物もしくはビスマス添加剤を用いるのが望ましく、この分野で知られているビスマス含有グリース添加剤などの有機ビスマス化合物を用いるのが好適である。また、それ自体公知の他の金属を含有するグリース添加剤を使用することもできる。

【0046】帯電防止剤としては、最終製品の特性を損なわないあらゆる重合体材料用の帯電防止剤が使用できる。例えば、帯電・粘着防止剤などがある。その好適な例は、特に、デハネダイト(Dehydat)™ 51(登録商標)(ハンケル(Henkel))である。

【0047】導電性固体としては、導電性を持ち潤滑油もしくはグリース内で適切に分散するあらゆる固体が使用できる。これらの固体は、使用中にグリースの特性を損なったり軸受の面を劣化させないことが望ましい。使用に適した導電性固体の例は、金属粒子(軟金属)であり、とりわけ銅、銀、黒鉛、ビスマス、および硫化ニオブウム(1V)の粒子が適している。黒鉛(導電性を持つ炭素)および硫化ニオブウム(1V)が、その中でも特に適している。

【0048】導電性固体3cは通常、小粒子の大きさであるため、その固体粒子は使用中にグリースおよび軸受の面の潤滑性をさほど妨げない。使用する粒子のサイズは最大でも30ミクロン未満とし、10ミクロン以下が望ましく、5ミクロン以下が好適である。平均粒子径は好ましくは、1ないし2ミクロンである。

【0049】基油、重合体増粘剤、および金属含有添加剤3aは、従来の量を使用できる。帯電防止剤3bおよび導電性固体3cは、用途に合った導電特性(もしくは帯電防止特性)を得るのに効果的な分量を使用できる。

【0050】一般に、本発明のグリースは次の組成を有する(全組成に対する重量%)。

【0051】

基油 30-99

重合体増粘剤 1-30

導電成分 0.01-2.0

上記の重量%の合計は10.0%となるようにする。導電成分3は、3a、3b、および3cのうち少なくとも1つ、できれば2つを含有することが望ましい。好ましい組成のは次の通りである（全組成に対する重量%）。

【0.05.2】

基油 30-98

重合体増粘剤 1-30

金属含有添加剤3a 0.1-1.0

帯電防止剤3b 0.1-1.5

導電性固体3c 0.1-5

上記の重量%の合計は10.0%となるようにする。

【0.05.3】成分3a、3b、および3cについて留意すべきことは、金属含有添加剤3a（有機ピマス化合物など）のみ、または金属含有添加剤3aと帯電防止剤3bの2つのみを含有するグリースは、公知のオラビ（Orapi）潤滑剤に比べて、最大500 r.p.m.までの軸受の低速回転における「静的」導電率試験で示した接触抵抗は低かったが、軸受の高速回転における抵抗が大幅に上昇し、その結果2500 r.p.m.での抵抗はOrapiより高くなったという点である。

【0.05.4】金属含有添加剤3aと導電性固体3cを含むグリースは、帯電防止剤3bを含む場合と含まない場合のいずれにおいても、3aのみ、もしくは3aと3bのみを含むグリースに比べて「静的」導電率試験で示した接触抵抗は高かった。しかしながら、それでもこの接触抵抗は、オラビ（Orapi）潤滑剤のそれよりは低い。

【0.05.5】しかしながら、動作中の軸受では、少なくとも金属含有添加剤3aと導電性固体3cを含むグリースは、導電性固体を含まないグリースに比べて驚くほど低い抵抗を示した。そして、この抵抗は軸受の回転速度が2500 r.p.m.の高速に達してもわずかに上昇しただけであった。導電性固体3cを含むグリースは、これまでの実験では最も高い導電性を示している。

【0058】従って、高速回転の軸受への応用、および軸受の低速および高速回転時の静的条件における「全体的な」性能を最良とするには、導電性固体3cを含むグリースが最適である。

【0057】潤滑グリース組成物には、重合体増粘剤を使用せずに、潤滑グリース組成物に金属セッケンなどの従来の増粘剤を含めることもできる。その量は50重量%未満とし、他の重合体増粘剤と同様、1.0%未満の重量%がより適している。この分量は、これらの従来の増粘剤がグリースの導電性もしくは潤滑性を損なわない範囲とする。しかし、本発明に基づく潤滑グリースの組成物には、重合体増粘剤のみを含有させるのが最も好ましい。

【0058】上述の成分を上述の量だけ用いるほかに、それ自体公知の添加剤を潤滑グリース組成物に、増粘剤組成物、基油、最終グリース組成物、及び/又はその導電性に影響を及ぼさない範囲で、通常の量だけ混合することもできる。そのため、磨耗防止剤、防食剤、および酸化防止剤などをそれ自体知られている方法で従来の分量だけ混合することもできる。

【0059】本申請に基づく導電性潤滑グリースは、基油に重合体増粘剤および導電成分3を混ぜて調製できる。3a、3b、および3cのうち1つもしくは複数の成分、および任意の他の添加剤を用いることが望ましく、加熱中のグリースの酸化を防止するため窒素ガスフローなどの保護雰囲気内で調製するのが望ましい。

【0060】一般に、この調製は次のような手順で行う。

- a) 重合体増粘剤と潤滑剤基油を、その増粘剤の融点より高い温度で混合あるいは溶解させる。
- b) それ自体知られている潤滑グリース組成物に上述の導電成分3を混合する。また、他の添加剤を任意に混合することができる。
- c) その結果得られたグリース組成物を混合時の温度から室温まで冷却する。
- d) グリースが反応によって要求される程度になる。

【0061】上述の方法において、導電成分3および他の任意の添加剤4を重合体増粘剤および潤滑剤基油に添加できるのは、手順a)の前、手順a)の途中もしくは後、手順c)の途中もしくは後、手順d)の途中、またはそれらのいずれかの組み合わせである。導電成分3は3a、3b、および3cのうち少なくとも2つの成分で構成するのが望ましく、それらの成分は他の調製開始時の成分もしくはグリースの調製中に、同時または別々に添加できる。

【0062】本発明に関連してもうひとつ留意すべきことは、様々な成分（添加剤および他の増粘剤など）やそれらの使用量を選択してここに説明されているグリース組成物に調合すれば、最終組成物の導電性を制御して使用目的に合った導電性を持つグリースが得られるという点である。

【0063】導電性グリース組成物は、参照のためにここに紹介した欧州で出願された申請95202464、4号に記載されるように、最適な「急冷」の手法で調製することが望ましい。この方法によると、上記の冷却手順c)の際に、グリースは1秒乃至3分の間、好ましくは、10秒乃至1分、より好ましくは、30秒前後の間に混合時の温度から室温まで冷却される。

【0064】この潤滑グリース組成物の急冷を実施するには、例えば、グリース組成物を水で冷却した金属板の上に注ぐ方法などがあるが、吹付けなどの他の適切な急速な冷却方式も利用できる。

【0065】急冷の工程はグリースの構造に大きな影響

を及ぼす。出典を明記することによりその開示内容を本願明細書の一部とした欧州特許出願第9520246号（特開95-246号）に記載されているように、従来の潤滑グリース、ならびに本発明による重合体材料を濃縮した導電性潤滑グリースに比べて、グリースの最終組成物の潤滑性を大幅に改善できる。これらのグリースでは、導電性潤滑グリースをゆっくりと冷却させる。例えば、外部もしくは内部から冷却する反応容器に単にグリースを放置するなど、従来の冷却方式を利用して毎分1度程度ずつ冷却する。その結果重合体グリースは、機械的安定性に欠け導電性が低くなる。

【0066】本発明に基づく重合体濃縮潤滑グリースにおいて、重合体増粘剤はスポンジ状の構造を形成し、それによってグリースの外観および構造が決まる。潤滑剤基油は、増粘剤構造中の穴の空間内にとどまり、グリースの使用中にブリーディングされる。また、導電成分の固体粒子もしくは液体飛沫（グリース内で分離面を形成している場合）を増粘剤構造内にとどめることができる。

【0067】調製の際、緩やかに冷却するグリースでは、増粘剤構造が非常に不規則になり大きな穴やごく小さな穴が生じる。上述の潤滑グリース組成物の急冷手法を用いれば、本発明に基づくグリースはより滑らかで均一な構造を持つ重合体増粘剤となり、潤滑油および導電成分の固体粒子もしくは液体飛沫を保持するスペースをより均一に分散させることができる。

【0068】広い意味においては、本発明は、導電性グリースの調製法に制限されておらず、また、本発明に基づくグリース組成物の性質を改善する方法に関する説明にも制限されていないが、急冷によって得られるより滑らかで均一な構造を持つ重合体増粘剤は、グリース組成物の最終特性に好影響を与えると考えられる。つまり、導電性、機械的特性、潤滑性、およびグリース構造内での潤滑油および導電成分3の広がりなどの点で好影響を与えたとと思われる。

【0069】従って、本出願はなんらの特定の前提にも制限されていないが、重合体増粘剤の使用によって導電性を改善する点に関して、次のように説明している。一重合体増粘剤を使用することで、特にグリース中および軸受の面における導電性粒子において、とりわけ高速回転時に導電成分3間の接触を改善する。一重合体増粘剤によってグリースの構造を改善し、導電性粒子用の固着剤として機能させるが、または、機械的安定度を高めることができる。その結果、特に高速回転時にグリースがより均一に分散し、固着剤中および軸受面の上の粒子の接触を改善できる。一導電成分3により、重合体増粘剤は軸受の面上に層を形成する。その層によって上述の軸受面の間隔が決められ、その結果電気抵抗が低くなる。

【0070】グリース潤滑の成分を、望ましくは急冷によって冷却した後、グリースは、例えば3ロール圧延機

もしくはグリースローラなどの従来の方法で必要とされる最終温度まで反応によって濃縮していき、グリースの濃縮中に、当業者には公知であるように、他の添加剤を加えることができる。濃縮した後、グリースは使用できるようになる。

【0071】グリースの機械的安定度は、セルローラ安定度テストなど、その分野で知られている試験方法で確認できる。セルローラ安定度テスト（低圧60度で24時間、回転数165rpm）後のグリースは、最大350の溶込みを持つことが望ましい。

【0072】グリースの稠度はNLG1分類という手法で分類できる。本発明に基づくグリースは通常、NLG1分類で1から3の範囲が調整可能である。NLG1分類の0は調整可能であるが、通常不適当なグリースの稠れが生じる。

【0073】しかしながら、本発明により、当業者であれば、グリース調製時に成分や条件を選択することによって、目的とする稠度と機械的安定度を持ち用途に合ったグリースを作成し得ることを理解されたい。その技術は、潤滑剤技術の当業者の対応可能な範囲にある。

【0074】また、分離している油の粘性も許容範囲内であればならず、できれば一定であることが望ましい。

【0075】本発明による重合体濃縮導電性グリースの組成物は、導電性潤滑剤の使用が期待されるいずれの分野にも応用できる。さらに、本発明による導電性グリースは、従来の導電性潤滑剤がその不適当な潤滑性のために使用できない分野にも利用できる。

【0076】導電性潤滑グリースは、次のような分野へ応用できる。

- 一電気的接触、例えばワイピング接点など。
- 一軸受への応用。特に、自動車の車輪軸受などにおける自動車のころ軸受への応用。
- 一静電気の発生やそれに伴うスパーク形成の危険を防止する必要がある分野への応用。例えば、鉱業における爆発の危険のある条件下など。
- 一電気エネルギーを機械エネルギーに、またはその逆に変換する装置への応用。例えば、電気モータや交流発電機など。

【0077】本発明による潤滑グリースは、例えば出典を明記することによりその開示内容を本願明細書の一部と成す米国特許第5139425号（デイビス（Davis）他、出願人に譲渡）で説明されている軸受など、回転する電気的接触部分を持つころ軸受への応用に特に適している。

【0078】従って、本発明は、導電性潤滑グリース組成物の使用に関するものであり、その目的は、軸受における静電気発生の防止もしくは減少、回転する電気的接触部分を持つころ軸受および電気エネルギーを機械エネルギーに変換したりその逆に変換する装置におけるスパーク

形成の防止もしくは減少、および軸受を流れるあるいは軸受の部品間や面間を流れる電気伝導を得ることである。

【0078】

【発明の実施の形態】以下、例や図を用いて本発明を詳細に説明する。図1と図2-aおよび図2-bは、既知の潤滑剤と本発明に基づく潤滑剤の抵抗(図1)を示し、静的結果および動的軸受の試験結果(図2-aおよび図2-b)を示したものである。

*例

組成に従って調製した重合体グリースの試験、および軸受のハブ装置開発に使用された市販の「導電性を持つ」グリースの評価を行った。

【0080】合計8種類の重合体グリースを調製した。表1に、本調査で試験を行ったすべてのグリースについての結果を示す。

【0081】

表1 試験グリース グリース組成物(供給元)

L950530-01 グリース基*

L950530-02 グリース基+デハイドラット 51.10% (ベンケル)

L950530-03 グリース基+デハイドラット 51.5%

L950530-04 グリース基+デハイドラット 51.1%

L950530-05 グリース基+デハイドラット 51.1%+黒鉛1%

L950530-06 グリース基+デハイドラット 51.1%+黒鉛1%

L950530-07 グリース基+デハイドラット 51.1%+黒鉛1%

L950530-08 グリース基+酸化ニオブウム(1V) 1%、(ジョンソン マッシー)

L950530-09 グリース基+デハイドラット 51.1%+黒鉛1%

L950530-10 オラビGRN (Orapi)

グリース基の組成

-重合体材料 1.0%

-イリガハックスL-57 1%

-リオバック 3016 6.7%

-エステル基油 82.3%

(化合物をグリース基に添加する際は、基油の容量をその分量だけ差し引く。)

【0082】図1は、導電性グリースの評価試験の結果を示したものである。今回採用した方法では、2本の銅製電極(10mm離す)を使用して50.0Vの電圧を印加した。その手法は、DIN 53482に規定されている標準的手法に似たものである。(DIN 53482は電気用途に用いる材質の試験方法であり、非金属材料の電気抵抗を測定する)。処方に従って調製した試験重合体グリースは、比較対照のグリース(Orapi GRN)に比べてはるかに低い電気抵抗を示した。オラビGRNは、ハブ装置開発においてシールと油切りの接触用に選ばれたものである。導電性の点で最も優れたグリースは、デハイドラット51(帯電防止剤)を10%含むグリース基であった。黒鉛または酸化ニオブウムなどの導電性固体は、導電性という点で何らの改善もななかった。このことは、静的試験の条件下では、重合体材料および基油中を浮遊する固体が電流の流れを抑制または阻害することを示唆している。使用した導電性固体の分量および重

重合体グリース製造中の固体の位置が、導電性を持つブリッジを形成する上で重要な要因となりうる。

【0083】標準型DGBB-62.05の軸受における

重合体グリースの電気抵抗は、次のような方法で測定した。DGBB-62.05軸受をSKF-A-0スピンドルおよびハウジングに装着する。SKF-A-0スピンドルは平ベルト滑車およびモータによって駆動される。それらの滑車およびモータは変速器によって制御されている。これによって、スピンドルは0から3000rpmの速度で作動する。試験軸受には機械的な負荷を加える。その手法としては、試験軸受のハウジングに接続したねじ込みバーの上のナットを回転させる。加えられた負荷はロードセルおよびひずみ度インジケータを使って監視し、0から3000N(ラジアル荷重)の範囲に調節する。軸受中の抵抗を測定し、そのデータを使って汎用システムを使用して処理する。

【0084】本調査では、校正した電圧抵抗ミリアンペア計フルーク(Fluke)8024B(オーム計)を利用して転がり接触による電気抵抗を測定した。採用した試験条件を表2に示す。

【0085】約5分間作動させた後、各速度段階における電気抵抗の平均を記録した。図2-aおよび図2-bは、8つの試験サンプルの電気抵抗の測定値を示している。

【0086】

表2 SKF社ERCでの軸受の試験条件

被験軸受	SKF 6205 2RZ/C3
速度(回転数/分)	速度漸増の場合 250、500、2500 速度漸減の場合 2000、500、250
負荷	2100N
軸受中のグリース分量	1.6g

【0087】導電性固体を含むグリース、特に酸化ニオブウム(サンプルL950530.08)およびサイズ1-2 μ mの黒鉛(サンプルL950530.05)を含むグリースは、すべての速度範囲において極めて低い接触抵抗を示した。グリース基部にデハイドットのみを加えた場合には、電界強度又は導電性は著しくは増加しなかった。デハイドット(1:0.0%)の例でも測定を行ったが、高速回転時には接触抵抗が比較的高くなった。低速では、デハイドットははるかに高い導電性を示した。このことは、転がり接触の条件下では、グリース基または帯電防止剤を含有する同じグリースは低速回転では良好に機能することを示している。高速では、導電性固体を含有するグリースが不可欠である。これは、転がり接触する軸受の抵抗を低くするためであり、それによって重合体材料もしくは油膜中の導電性固体によって面の間により良好な電気回路が形成されることになる。比較対照のグリース、オラビQRNは、被験グリースのいくつかに比べてかなり高い接触抵抗を示した。

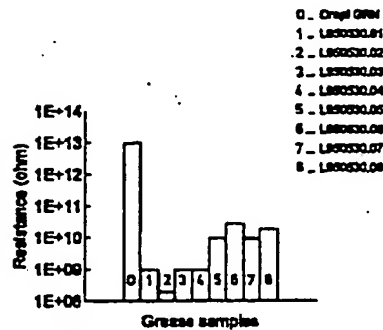
*【0088】本調査の結果から理解できるように、帯電防止剤または導電性固体を含む重合体グリースを用いれば、ころ軸受に流れる静電気を放電するのに必要な特性が容易に得られる。開発されたグリースは、最もよく知られている市販の「導電性グリース」よりも接触抵抗がかなり低い。サンプルL950530.08およびL950530.05の重合体グリースは、軸受における優れた導電性を示じた。これは、グリースを電気伝導用途に開発しうることを示している。

【図面の簡単な説明】

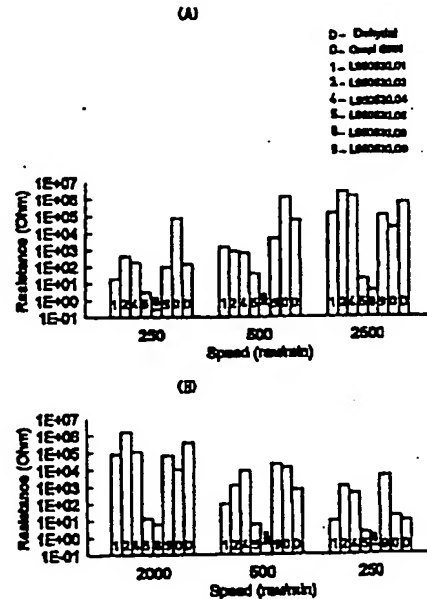
【図1】本発明による導電性グリースの評価試験を示す図であって、既知の潤滑剤と本発明にもとづく潤滑剤の抵抗で静的結果を示す。

【図2】図1の評価試験にあつて、既知の潤滑剤と本発明にもとづく潤滑剤の抵抗を示しころ軸受による試験結果を示す図であり、(A)は回転数の上昇時、(B)は下降時を示す。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
--------------------------	------	--------	-----	--------

C 1 0 M 105:32

119:02

125:02

125:04)

C 1 0 N 40:02

40:14

50:10

(72)発明者 ジョージ ティン ヤウ ヴァン
 オランダ国、3993 エイチエヌ ホウテ
 ン、 スノーエクスポート 106

(72)発明者 デック メイヤー
 オランダ国、3438 エーデー ニューベガ
 イン、ファーストラーン 10